

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 710 239

②1 N° d'enregistrement national : **94 11181**

⑤1 Int Cl⁸ : A 01 N 53/08, 53/06, 37/44, 31/14, 43/76

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 20.09.94.

③0 Priorité : 22.09.93 JP 257495.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 31.03.95 Bulletin 95/13.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : SUMITOMO CHEMICAL COMPANY,
LIMITED — JP.

⑦2 Inventeur(s) : Kudoh Kichizo, Kikuchi Yasuo, Ishida
Tatsuya, Ikeda Tatsufumi et Fujimoto Hiroaki.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Office Blétry.

⑤4 Composition insecticide et acaricide d'un dérivé d'oxazoline et de pyréthroïde spécifique.

⑤7 L'invention concerne une composition insecticide et
acaricide contenant en tant que matières actives de la 2-(2,
6-difluorophényl)-4-(2-éthoxy-4-tert-butylphényl)-2-
oxazoline et au moins un composé choisi parmi les compo-
sés pyréthroïdes spécifiques.

La présente composition peut protéger les plantes utiles
contre différents types d'insectes et d'acariens nuisibles
tels qu'Aphididae et Acarina, en de petites doses d'applica-
tion.

FR 2 710 239 - A1



BEST AVAILABLE COPY

La présente invention concerne une composition insecticide et acaricide contenant comme matières actives de la 2-(2,6-difluorophényl)-4-(2-éthoxy-4-tert-butylphényl)-2-oxazoline (appelée ci-après le Composé A) et des composés pyréthroïdes particuliers.

Des insecticides et acaricides ont été mis au point pour maîtriser différents types d'insectes nuisibles, par exemple en agriculture, dans les jardins, en sylviculture, dans le bétail et dans les applications sanitaires, et de nombreux insecticides et/ou acaricides sont actuellement utilisés.

Cependant, les insecticides et acaricides classiques ne présentent pas toujours des propriétés satisfaisantes pour ce qui est de leur activité létale, de la rapidité de leur action et/ou de leur activité résiduelle. En outre, pour permettre une maîtrise efficace, on a besoin de quantités plus grandes d'insecticides et/ou d'acaricides, car certains des insectes et acariens acquièrent une certaine résistance aux agents classiques.

Il existe donc une demande portant sur un insecticide et/ou un acaricide ayant une bonne activité létale, une action rapide et une bonne activité résiduelle à l'encontre d'insectes et d'acariens nuisibles, notamment ceux qui résistent aux faibles concentrations.

Compte tenu de ce qui précède, la demanderesse de la présente invention a étudié différentes combinaisons de 2-(2,6-difluorophényl)-4-(2-éthoxy-4-tert-butylphényl)-2-oxazoline (Composé A) et de composés insecticides et acaricides existants, et elle a trouvé qu'une composition contenant le Composé A et des composés pyréthroïdes spécifiques présente une activité insecticide et acaricide synergique imprévue à l'encontre d'insectes et d'acariens nuisibles, notamment les insectes et aca-

riens résistants, par comparaison avec l'utilisation séparée de chacun des composés, et avec des combinaisons du Composé A et d'autres composés pyréthroïdes.

La présente invention vise ainsi une composition
5 insecticide et acaricide comprenant comme matières actives le Composé A et au moins un composé pyréthroïde choisi parmi l'ensemble comprenant :

(1) l'oxyde de 2-méthyl-2-(4-bromodifluorométhoxyphényl)-propyle et de 3-phénoxybenzyle (ci-après appelé
10 le Composé 1),

(2) le 2,2-diméthyl-3-[3-oxo-3-{2,2,2-trifluoro-1-(trifluorométhyl)éthoxy}-1-propényl]-cyclopropanecarboxylate de cyano(3-phénoxyphényl)méthyle (ci-après appelé le Composé 2),

(3) le 2,2,3,3-tétraméthyl-cyclopropanecarboxylate d' α -cyano-3-phénoxybenzyle (ci-après appelé le Composé 3),
15

(4) le sel d' α -cyano-3-phénoxybenzyle de la N-(2-chloro- α,α,α -trifluoro-p-tolyl)valine (ci-après appelé
20 Composé 4), et

(5) du 3-(2-chloro-3,3,3-trifluoro-prop-1-ényl)-2,2-diméthylcyclopropanecarboxylate de 2-méthylbiphényl-3-ylméthyle (ci-après appelé le Composé 5).

La composition de la présente invention présente
25 une excellente activité létale, une action rapide et une activité résiduelle contre des insectes et acariens nuisibles tels que Acarina et Aphididae, en une quantité extrêmement faible, alors que les matières actives de cette composition, quand elles sont utilisées seules,
30 peuvent rarement les maîtriser en la même quantité. La composition de la présente invention peut maîtriser d'une manière efficace les insectes et acariens résistants.

Le Composé A de la composition de la présente invention est un composé connu décrit dans la demande
35 PCT déposée et non examinée N° W092/00559.

Certaines des matières actives de la composition de la présente invention peuvent posséder des stéréoisomères ou des isomères géométriques, de sorte que la composition de la présente invention peut comprendre ces isomères et leurs mélanges.

On donne ci-après des exemples de ces isomères :

[1R-{1 α (s*), 3 α (Z)}]-2,2-diméthyl-3-[3-oxo-3-{2,2,2-trifluoro-1-(trifluorométhyl)éthoxy}-1-propényl]-cyclopropanecarboxylate de cyano(3-phénoxyphényl)méthyle (ci-après appelé le Composé 2a) ;

2,2,3,3-tétraméthyl-cyclopropanecarboxylate de (RS) α -cyano-3-phénoxybenzyle (ci-après appelé le Composé 3a) ;

le sel de (RS) α -cyano-3-phénoxybenzyle de la N-(2-chloro- α,α,α -trifluoro-p-tolyl)-D-valine (ci-après appelé le Composé 4a) ; et

(Z)(1RS)-cis-3-(2-chloro-3,3,3-trifluoro-prop-1-ényl)-2,2-diméthylcyclopropanecarboxylate de 2-méthylbiphényl-3-ylméthyle (ci-après appelé le Composé 5a).

Le Composé 1 et les Composés 2a-5a sont connus sous les dénominations communes respectives suivantes : fubphenblocks, acrinathrine, phenpropathrine, fluvalinate et biphen thrine. Le Composé 1 est décrit dans la demande de brevet japonais Kokai déposée et non examinée N° S62-212335, et le Composé 2a est décrit dans Farm Chemicals Handbook, C 294- C 295 (1992) par Meister Publishing Company. Les Composés 3a, 4a et 5a sont décrits dans les demandes de brevets japonais déposées et non examinées respectivement S48-10225, S56-152451 et S59-181241.

La composition de la présente invention peut être largement utilisée en tant qu'agent de maîtrise des insectes et acariens nuisibles en agriculture, ou dans les cultures horticoles ou les arbres, dans le bétail ou dans les applications sanitaires.

On présente ci-après des exemples de ravageurs nui-

sibles de ce type pouvant être maîtrisés par la composition de la présente invention.

Acarina : les acariens, tels que Tetranychus urticae, Tetranychus kanzawai, Tetranychus cinnabarinus,
 5 Panonychus citri, Panonychus ulmi, Panonychus mori,
Tetranychus viennensis, Eotetranychus carpini, Aculops
pelekassi, Calacarus carinatus, Epitrimerus pyri ; les
 acariens appartenant aux Tetranychidae, Eriophyidae ou
 Tenuipalpidae, qui sont des parasites de différentes
 10 espèces d'arbres fruitiers, tels que les orangers, les
 pommiers, les poiriers, les pêchers, la vigne, les
 châtaigniers et les abricotiers, de végétaux tels que
 l'aubergine, le concombre et le fraisier, les haricots
 tels que le soja, le haricot adzuki et le haricot com-
 15 mun, des cultures commerciales telles que le thé et le
 coton, les plantes de jardin telles que les roses, les
 oeilleux, les tulipes et les cyclamens, et les arbres
 tels que les pins et les cèdres du Japon ; Ixodidae, par
 exemple Haemaphysalis longicornis, Ixodes ovatus et
 20 Boorophilus microplus ; Acaridae, tels que Tyrophagus
putrescentiae et Dermatophagoides farinae, ainsi que les
 acariens des poussières de maison tels que Pyroglyphidae,
 Cheyletidae et Bdellonyssus bacoti.

Lepidoptera, parmi lesquels : Phylalidae, tels que
 25 Chilo suppressalis, Cnaphalocrocis medinalis, Plodia
interpunctella et Ostrinia furnacalis ; Noctuidae, tels
 que Spodoptera litura, Pseudolaetia separata et Mame-
ster brassicae ; Pieridae, tels que Pieris rapae cruci-
vora ; Tortricidae, tels que Adoxophyes spp., Adoxophyes
 30 orana et Carposinidae ; Lyonetiidae, tels que Phyllo-
cnistis citrella ; Lithocolletidae, Gelechiidae, Lyman-
triidae et Gracillariidae, tels que Phyllonorycter rin-
goniella ; Agrotis spp., tels que Agrotis segetum et
Agrotis ipsilon ; Heliothis spp. ; et Tineidae tels que
 35 Plutella xylostella et Tinea translucens.

Diptera, parmi lesquels Culicidae, tels que Culex pipiens et Culex tritaeniorhynchus ; Aedes spp., tel qu'Aedes aegypti et Aedes albopictus ; Anopheles spp. tel qu'Anopheles sinensis ; les chironomidés (Chironomidae) ; Muscidae, tels que Musca domestica et Muscina stabulans ; Calliphoridae ; Sarcophagidae ; Anthomyiidae, tels que Fannia canicularis, Delia platura et Delia antiqua ; Cecidomyiidae ; Tephritidae, tel que Dacus Cucurbitae ; Agromyzidae, tel qu'Agromyza oryzae ; et
 10 Ephydridae, Drosophilidae, Psychodidae, Tabanidae, Simuliidae et Stomoxyidae calcitrans.

Hémiptères, notamment : Aphididae, tels que Myzus persicae, Aphis gossypii, Aphis citricola, Aphis pomi, Lipaphis pseudobrassicae, Nippolachnus piri, Toxoptera aurantii et Toxoptera ciicidus ; Delphacidae, tels que Laodelphax striatellus, Nilaparvata lugens et Sogatella furicfera ; Cicadellidae, tels que Nephotettix cincticeps, Empoasca onukii et Arboridia apicalis ; Aleyrodidae, tels que Trialeurodes vapoariorum, Bemisia tabaci
 20 et Aleurotrixus floccoccus ; Psyllidae, tels que Psylla piri et Psylla mali ; Pentatomidae (pentatomidés), tels qu'Eysarcoris parvus, Eysarcoris ventalis, Nezara antennata, Cletus punctiger, Riptortus clavatus et Plautia stali ; Pseudococcidae, tels que Saissetia olea, Unaspis yanonensis et Pseudococcus comstocki ; et Tingidae.

Dermaptera, notamment la chenille des racines du maïs, par exemple Diabrotica virgifera et Diabrotica undecimpunctata ; Hydrophilidae, tels qu'Anomala cuprea et Anomala rufocurea ; Curculionidae, tels que Sitophilus zeamais, Lissorhoptrus oryzophilus, Echinocnemus squameus et Callosobruchus chinensis ; Neatus picipes, tels que Tenebrio molitor et Tribolium castaneum ; Chrysomelidae, tel que Leptinotarsa decemlineata, Phyllotreta striolata, Aulacophora femoralis et Oulema oryzae ;
 35 Anobiidae, Epilachna spp., tels qu'Epilachna viginti-

octopunctata, Epilachuna vigintioctomaculata ; et Lyctidae, Bostrychidae et Cermbycidae.

Blattodea, tels que Periplaneta japonica, Periplaneta americana, Periplaneta fuliginosa, Periplaneta brunnea, Blattella germanica et Blatta orientalis.

Thysanoptera, tels que Scirtothrips dorsalis, Thrips palmi, Ponticulothrips diospyrosi, Thrips hawaiiensis et Frankliniella occidentalis.

Hymenoptera, parmi lesquels Formicidae et Symphyta tels qu'Athalia rosae ruficornis.

Orthoptera, parmi lesquels Gryllotalpidae, Oxya yezoensis et Locusta migratoria.

Aphaniptera, par exemple Pulex irritans, Ctenocephalides canis et Ctenocephalides felis.

Phthiraptera, par exemple Pediculus humanus capitis et Phthirus pubis.

Isoptera, par exemple Reticulitermes speratus et Coptotermes formosanus.

La composition de la présente invention a une action rapide et une activité résiduelle en particulier sur les oeufs, les larves et les adultes de Tetranychidae sur les végétaux, les arbres fruitiers et les arbres, et sur Aphididae, qui sont des insectes nuisibles appartenant aux Hemiptera.

La composition de la présente invention peut être utilisée en l'état, c'est-à-dire la combinaison du Composé A et du composé pyréthroïde spécifique (1-5) seuls, mais les ingrédients de la composition de la présente invention sont de préférence supportés par différents supports inactifs sous forme liquide, solide ou gazeuse. De plus, on peut si nécessaire ajouter des additifs tels qu'un tensioactif, un dispersant, un adhésif, un stabilisant et des propulseurs, pour préparer des formulations telles que des poudres pour poudrage, des granulés, des émulsions, des solutions dans une huile, des

poudres mouillables, des sols, des compositions fluides, des aérosols, des agents d'enrobage, des fumigants, agents de fumage et ULV (formulations pour agents à très faible volume).

5 Les supports liquides mentionnés ci-dessus comprennent l'eau ; les hydrocarbures aromatiques, tels que le xylène, le toluène, le benzène et le diméthylnaphtalène ; les hydrocarbures chlorés, tels que le chlorobenzène, le dichlorométhane, le chloréthylène et le tétrachlorure de
10 carbone ; les hydrocarbures aliphatiques ou alicycliques tels que la benzine, le cyclohexane et l'hexane ; les alcools tels que l'éthanol, le propanol et le butanol ; et les cétones tels que l'acétone, la méthyléthylcétone et la cyclohexanone.

15 On peut citer à titre d'exemples de supports solides les poudres minérales naturelles telles que la bentonite, le talc, l'argile, le kaolin, la montmorillonite, la terre de diatomées et le carbonate de calcium ; et les poudres minérales synthétiques telles que l'alumine et les silicates.
20

Parmi les tensioactifs, on peut citer les alkylsulfates, les alkylsulfonates, les éthers de glycol polyoxyéthylénés, les esters de glycol polyoxyéthylénés et les esters de polyalcools.

25 Les adhésifs et dispersants comprennent la caséine, la gélatine, la gomme arabique, l'acide alginique, la lignine, la bentonite et le poly(alcool vinylique).

On peut citer à titre d'exemples de stabilisants le PAP (phosphate acide d'isopropyle), le BHT (2,6-di-tert-butyl-4-méthylphénol), le TCP (phosphate de tricrésyle),
30 les huiles végétales, les huiles minérales, les tensioactifs, les acides gras ou leurs esters.

Les propulseurs comprennent par exemple le gaz de pétrole liquéfié, l'oxyde de diméthyle et les substances
35 fluorocarbonées.

Le rapport de mélange des matières actives de la composition de la présente invention, à savoir le Composé A et les composés pyréthroïdes (1-5) n'est pas particulièrement limité, et il peut varier entre de larges limites selon la nature, la forme de formulation et le but de l'application de la composition. Mais la quantité des composés pyréthroïdes est de préférence comprise entre 0,01 et 30 et plus particulièrement entre 0,1 et 20 parties en poids par partie en poids du Composé A, et la quantité totale des deux matières actives contenues dans la composition de la présente invention est de préférence comprise entre 0,01 et 90 et plus particulièrement entre 0,1 et 80 % en poids.

La quantité appliquée de la composition de la présente invention peut varier avec la forme de formulation, ainsi qu'avec l'heure et la date, le lieu et le mode d'application, la nature des organismes nuisibles et le degré de lésion. La quantité appliquée est habituellement comprise entre environ 0,1 et 1000 et de préférence entre 5 et 500 g par 10 ares, cette quantité étant exprimée en matières actives contenues dans la composition.

L'application de la composition de la présente invention peut se faire par exemple par pulvérisation, par vaporisation, par pulvérisation de poudres pour pou-drage, par diffusion de granulés et par fumigation, directement ou à l'aide d'appareils, sur des insectes nuisibles ou sur les lieux où les insectes nuisibles se propagent. En outre, la composition de la présente invention peut comprendre d'autres insecticides, nématocides, acaricides, désinfectants, herbicides, régulateurs de croissance des végétaux, engrais, agents d'amélioration des sols, produits synergiques et aliments pour animaux, ou encore on peut l'utiliser en même temps que les agents mentionnés ci-dessus, au lieu de les y

incorporer.

L'invention sera mieux comprise en regard des Exemples de Formulation et des Exemples d'Essai Biologique ci-après. Chaque fois que, dans les Exemples de Formulation, il sera question de "parties", il s'agira de parties en poids.

Exemple de Formulation 1 : Poudres pour poudrage

On mélange jusqu'à homogénéité et on pulvérise pour obtenir une poudre pour poudrage 3 parties du Composé A, 2 parties du Composé 1, 45 parties de talc et 50 parties d'argile. De la même manière, on prépare des poudres pour poudrage en utilisant à la place du Composé 1 respectivement les Composés 2a, 3a, 4a et 5a. Les poudres pour poudrage ainsi préparées peuvent être pulvérisées directement sur les végétaux en des doses de 1 à 5 kg par 10 ares, au moyen d'un pulvérisateur de poudre pour poudrage.

Exemple de Formulation 2 : Emulsions

On mélange jusqu'à homogénéité pour obtenir une émulsion 5 parties du Composé A, 5 parties du Composé 3a, 8 parties d'oxyde d'alkyle et d'aryle polyoxyéthyléné, 2 parties d'un alkylarylsulfonate de sodium et 80 parties de xylène. On prépare de la même manière des émulsions en utilisant à la place du Composé 3a les composés 1, 2a, 4a et 5a. Les émulsions ainsi préparées peuvent être pulvérisées, après dilution à 1000-5000 x, en des doses de 100 à 600 l par 10 a.

Exemple de Formulation 3 : Poudres mouillables

On mélange et on pulvérise jusqu'à homogénéité au moyen d'un broyeur à jet d'air comprimé, pour obtenir des poudres mouillables, 5 parties du Composé A, 10 parties du Composé 2a, 3 parties d'un alkylbenzènesulfonate de sodium, 3 parties de ligninesulfate de sodium et 79 parties de terre de diatomées. De la même manière, on prépare des poudres mouillables en remplaçant le Composé

2a par les Composés 1, 3a, 4a et 5a. Les poudres mouillables ainsi préparées peuvent être pulvérisées, après dilution à 500-3000 x, en des doses de 100 à 600 l par 10 a.

5 Exemple de Formulation 4 : Poudres fluentes

On dissout jusqu'à uniformité 5 parties d'un styrylphényléthersulfate polyoxyéthyléné, 20 parties d'une solution aqueuse à 1 % de gomme xanthane, 3 parties d'une substance minérale du type smectite et 62 parties d'eau, et on ajoute tout en agitant convenablement 5 parties du Composé A et 5 parties du Composé 3a. Le mélange obtenu est broyé par voie humide au moyen d'un broyeur à sable pour donner un agent fluent. On prépare de la même manière des agents fluents en remplaçant le Composé 3a par les Composés 1, 2a, 4a et 5a. Les agents fluents ainsi obtenus peuvent être pulvérisés, après dilution à 1000-5000 x, en des doses de 100 à 600 l par 10 a dans le cadre d'une application effective.

Exemple de Formulation 5 : Agents de fumage à chaud

On dissout dans des quantités appropriées d'acétone 50 mg d'un composé pyréthroïde, à savoir les Composés 1, 2a, 3a, 4a ou 5a, et 50 mg du Composé A. On immerge dans les solutions obtenues, pour obtenir des agents de fumage à chaud, des plaques céramiques de 4,0 x 4,0 cm et ayant une épaisseur de 1,2 cm.

Exemple d'Essai Biologique 1 : Essai ovicide sur Tetranychus urticae

On pulvérise 6 ml de la solution d'essai contenant des quantités données de matières actives préparées selon l'Exemple de Formulation 2 décrit ci-dessus (Emulsions) sur des feuilles de Phaseolus vulgaris, sur lesquelles ont été pondus des oeufs (stade 3-4 jours) de Tetranychus urticae. Quatre jours après application du produit phytosanitaire, on examine l'éclosion des oeufs pour déterminer le taux de destruction des oeufs. On

détermine par l'équation suivante le taux théorique de destruction des oeufs (%) et l'indice d'effet synergique (%).

Equation 1

5 Taux théorique de destruction des oeufs (%) = $A + \frac{(100-A) \times B}{100}$

Indice d'effet synergique (%) = $\left\{ \frac{\text{taux de destruction des oeufs (\%)}}{\text{taux théorique de destruction des oeufs (\%)}} \right\} \times 100$

10 où A est le taux de destruction des oeufs (%) du Composé A et B est le taux de destruction des oeufs (%) respectivement du Composé 1 et des Composés 2a, 3a, 4a et 5a.

Les résultats sont présentés sur le Tableau 1.

Tableau 1

	Composé d'essai	Quantité de matière active (ppb)	Taux de destruction des oeufs (%)	Taux de destruction théorique des oeufs (%)	Indice d'effet synergique (%)
5	Composé A+1	25 + 25 25 + 50 25 + 100	46,8 96,5 100,0	24,3 25,2 28,7	192 382 348
10	Composé A+2a	25 + 25 25 + 50 25 + 100	52,0 91,3 100,0	25,5 24,5 27,1	204 373 370
15	Composé A+3a	25 + 25 25 + 50 25 + 100	43,3 79,4 100,0	27,4 25,9 29,5	158 307 339
	Composé A+4a	25 + 25 25 + 50 25 + 100	63,7 95,2 96,7	24,1 25,6 31,0	264 372 312
20	Composé A+5a	25 + 25 25 + 50 25 + 100	45,7 93,3 97,5	25,6 24,1 27,4	179 387 356
	Comp. A	25	24,1	-	-
25	Composé 1	25 50 100	0,3 1,5 6,1	- - -	- - -
	Composé 2a	25 + 25 25 + 50 25 + 100	1,8 0,5 3,9	- - -	- - -
30	Composé 3a	25 + 25 25 + 50 25 + 100	4,4 2,4 7,1	- - -	- - -
	Composé 4a	25 + 25 25 + 50 25 + 100	0,0 2,0 9,1	- - -	- - -
35	Composé 5a	25 + 25 25 + 50 25 + 100	2,0 0,0 4,4	- - -	- - -
	Zone non traitée	-	2,0	-	-

Exemple d'Essai Biologique 2 : Essai ovicide sur Tetranychus kanzawai résistant

On pulvérise 6 ml de la solution d'essai contenant des quantités données de matières actives préparées selon l'Exemple de Formulation 4 décrit ci-dessus (Substances
5 fluentes) sur des feuilles de Phaseolus vulgaris, sur lesquelles ont été pondus des oeufs (stade 3-4 jours) de Tetranychus kanzawai résistant. Quatre jours après application du produit phytosanitaire, on examine
10 l'éclosion des oeufs pour déterminer le taux de destruction des oeufs. On détermine par l'équation suivante le taux théorique de destruction des oeufs (%) et l'indice d'effet synergique (%).

Equation 2

15 Taux théorique de destruction des oeufs (%) = $A + \frac{(100-A) \times B}{100}$

Indice d'effet synergique (%) = $\left\{ \frac{\text{taux de destruction des oeufs (\%)}}{\text{taux théorique de destruction des oeufs (\%)}} \right\} \times 100$

20 où A est le taux de destruction des oeufs (%) du Composé A et B est le taux de destruction des oeufs (%) respectivement du Composé 1 et des Composés 2a, 3a, 4a et 5a.

Les résultats sont présentés sur le Tableau 2.

Tableau 2

	Composé d'essai	Quantité de matière active (ppb)	Taux de destruction des oeufs (%)	Taux de destruction théorique des oeufs (%)	Indice d'effet synergique (%)
5	Composé A+1	250 + 250 250 + 500 250 + 1000	49,9 92,3 98,5	21,7 20,8 22,4	229 443 440
10	Composé A+2a	250 + 250 250 + 500 250 + 1000	60,3 85,0 100,0	23,1 19,6 22,2	261 433 451
15	Composé A+3a	250 + 250 250 + 500 250 + 1000	66,7 89,2 97,6	21,6 22,6 21,3	309 394 459
	Composé A+4a	250 + 250 250 + 500 250 + 1000	71,5 98,3 95,4	20,1 20,7 19,8	355 475 482
20	Composé A+5a	250 + 250 250 + 500 250 + 1000	51,1 72,9 88,4	20,9 20,0 21,1	244 364 419
	Comp. A	250	18,4	-	-
25	Composé 1	250 500 1000	4,1 3,0 4,9	- - -	- - -
	Composé 2a	250 500 1000	5,8 1,5 4,6	- - -	- - -
30	Composé 3a	250 500 1000	3,9 5,2 3,5	- - -	- - -
	Composé 4a	250 500 1000	2,1 2,8 1,7	- - -	- - -
35	Composé 5a	250 500 1000	3,1 2,0 3,3	- - -	- - -
	Zone non traitée	-	3,2	-	-

Exemple d'Essai Biologique 3 : Essai sur plante en pot,
portant sur *Tetranychus urticae*

On provoque la propagation de *Tetranychus urticae* sur des haricots communs plantés dans un pot de 20 cm de diamètre. Juste avant de pulvériser le produit phytosanitaire, on compte le nombre d'adultes femelles qui y sont parasites. On pulvérise sur les tiges et les feuilles des haricots communs des solutions d'essai ayant des concentrations données, préparées selon l'Exemple de Formulation 2 (Emulsion). Après séchage à l'air, on maintient les pots à la température ambiante, et on compte certains jours prédéterminés le nombre d'adultes femelles de *Tetranychus urticae* qui y sont parasites. On calcule à partir de l'équation suivante l'indice de densité corrigé, et les résultats sont présentés sur le Tableau 3.

Equation 3

Indice de densité corrigé = (Nombre d'acariens avant pulvérisation, en l'absence d'application x Nombre d'acariens après pulvérisation, avec application du produit phytosanitaire) / (Nombre d'acariens après pulvérisation, en l'absence d'application x Nombre d'acariens avant pulvérisation, avec application d'un produit phytosanitaire) x 100.

Tableau 3

	Composé d'essai	Concentration (ppm)	Indice de densité corrigé			
			3 jours	10 jours	20 jours	30 jours
5	Composé 1	25	14,0	3,9	3,9	3,9
	Composé 2a	25	12,8	2,6	5,8	6,6
	Composé 3a	25	14,8	8,0	3,0	7,9
	Composé 4a	25	19,9	7,2	3,0	4,2
	Composé 5a	25	6,9	2,7	1,3	2,6
10	Composé A	25	40,3	10,4	2,9	5,3
	Composé A+1	25+25	3,4	0	0	0
	Composé A+2a	25+25	7,9	0	0	0,7
	Composé A+3a	25+25	2,3	0,5	0	0
	Composé A+4a	25+25	3,4	1,2	0	0
15	Composé A+5a	25+25	4,7	0,7	0	0
	Zone non traitée	-	100	100	100	100

Exemple d'Essai Biologique 4 : Essai sur plante en pot, portant sur Tetranychus kanzawai résistant

- 20 On propage sur des théiers plantés en pots de 20 cm de diamètre Tetranychus kanzawai, qui présente une résistance à différents insecticides et/ou acaricides. Juste avant pulvérisation, on compte le nombre d'adultes femelles qui y sont parasites. On pulvérise sur les
- 25 théiers des solutions d'essai ayant des concentrations données, préparées selon l'Exemple de Formulation 4 ci-dessus (Agent fluent). Après séchage à l'air, les pots sont maintenus à la température ambiante, et on compte
- 30 certains jours prédéterminés le nombre d'adultes femelles de Tetranychus kanzawai. On détermine l'indice de densité corrigé à partir de l'équation ci-dessus, et les résultats obtenus sont présentés sur le Tableau 4.

Tableau 4

	Composé d'essai	Concentration (ppm)	Indice de densité corrigé			
			3 jours	10 jours	20 jours	30 jours
5	Composé 1	25	11,6	5,7	4,9	4,1
	Composé 2a	25	8,0	5,1	6,0	5,7
	Composé 3a	25	19,2	7,1	6,4	5,2
	Composé 4a	25	14,6	8,6	2,7	4,1
	Composé 5a	25	14,9	5,6	2,9	3,6
10	Composé A	25	45,7	10,5	2,9	3,3
	Composé A+1	25+25	3,4	0	0	0
	Composé A+2a	25+25	6,3	1,0	0	0,2
	Composé A+3a	25+25	2,8	0,9	0	0
	Composé A+4a	25+25	5,8	1,8	0	0,1
15	Composé A+5a	25+25	5,6	2,6	0	0
	Zone non traitée	-	100	100	100	100

Exemple d'Essai Biologique 5 : Essai sur plante en pot, portant sur Tetranychus urticae

20 On propage Tetranychus urticae sur des plants de Phaseolus vulgaris plantés dans des pots de 20 cm de diamètre. Juste avant pulvérisation, on compte le nombre d'adultes femelles de Tetranychus urticae qui y sont parasites. On pulvérise sur les tiges et les feuilles de Phaseolus vulgaris des solutions d'essai ayant des concentrations données et préparées selon l'Exemple de Formulation 2 ci-dessus (Emulsion). Après séchage à l'air, les pots sont maintenus à la température ambiante. Quatre jours après pulvérisation du produit phytosanitaire, on compte pour déterminer le taux de survie le nombre d'adultes femelles de Tetranychus urticae qui y sont parasites.

Le taux de survie est déterminé à partir de l'équation suivante.

35 Equation 4

$$\text{Taux de survie (\%)} = (C_0 \times T_4 / T_0 \times C_4) \times 100$$

où C_0 et C_4 désignent le nombre d'adultes femelles dans

la zone non traitée, avant traitement par le produit phytosanitaire et au bout de quatre jours, et T₀ et T₄ désignent respectivement le nombre d'adultes femelles dans la zone traitée, avant le traitement et quatre
5 jours après le traitement.

Les résultats obtenus sont présentés sur le Tableau 5.

Les composés utilisés dans l'essai à titre de témoins sont exprimés par les symboles ci-après :

10 Composé X : (RS)-2-(4-chlorophényl)-3-méthylbutyrate de (RS)- α -cyano-3-phénoxybenzyle (dénomination commune : fenvalérate) ; Composé Y : (\pm)cis,trans-3-(2,2-dichloroéthényl)-2,2-diméthylcyclopropane-carboxylate de 3-phénoxyphénylméthyle (dénomination
15 commune : perméthrine).

Tableau 5

	Composé d'essai	Quantité de matière active (ppm)	Taux de survie (%)
	Composé A + X	100 + 100	24,4
20	Composé A + Y	100 + 100	58,9
	Composé A + 3a	75 + 25 100 + 25 100 + 25	0,2 1,5 2,8
	Zone non traitée	-	100

25 Exemple d'Essai Biologique 6 : Essai portant sur Myzus persicae

Pendant 10 secondes, on immerge des feuilles sur lesquelles est parasite le premier stade de Myzus persicae, dans les solutions d'essai, ayant des concentra-
30 tions données et qui ont été préparées selon l'Exemple de Formulation 2 mentionné ci-dessus (Emulsion). Après séchage à l'air, les feuilles ainsi traitées sont maintenues à 25°C dans une coupe en polyéthylène. Six jours après le traitement par le produit phytosanitaire, on

confirme le nombre de Myzus persicae survivants pour déterminer le taux de survie, que l'on calcule à partir de l'équation suivante.

Equation 5

5 Taux de survie (%) = $(C_0 \times T_6 / T_0 \times C_6) \times 100$
 où C_0 et C_6 désignent le nombre de larves dans la zone non traitée, respectivement avant le traitement par le produit phytosanitaire et au bout de six jours, et T_0 et T_6 désignent le nombre de larves dans la zone traitée,
 10 respectivement avant le traitement et six jours après le traitement.

Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur le Tableau 6.

Tableau 6

15	Composé d'essai	Quantité de matière active (ppm)	Taux de survie (%)
	Composé A + 1	1 + 10	2,0
	Composé A + 2a	1 + 10	3,0
	Composé A + 3a	1 + 10	0,0
20	Composé A + 4a	1 + 10	1,0
	Composé A + 5a	1 + 10	1,0
	Composé A	1	34,1
	Composé 1	10	71,2
	Composé 2a	10	70,5
25	Composé 3a	10	63,4
	Composé 4a	10	65,5
	Composé 5a	10	68,6
	Zone non traitée	-	100

Exemple d'Essai Biologique 7 : Essai portant sur Tetranychus urticae
 30 n

On laisse pondre des oeufs sur un disque foliaire de Phaseolus vulgaris de 2 cm de diamètre 15 adultes femelles de Tetranychus urticae. Le lendemain, on pulvérise sur le disque foliaire portant tant des oeufs que
 35 des adultes femelles, des quantités données des solutions du produit phytosanitaire ayant des concentrations données, et que l'on a préparées selon l'Exemple de Formu-

lation 2 (Emulsion). Immédiatement après la pulvérisation, le disque foliaire ainsi traité est placé sur un disque foliaire non traité de 5 cm de diamètre. Deux jours après le traitement, tous les adultes sont enlevés des feuilles. Puis, cinq jours après le traitement, on compte le nombre d'oeufs et de larves sur la feuille non traitée pour déterminer le taux de survie de la deuxième génération.

On calcule le taux de survie à partir de l'équation suivante :

$$\text{Taux de survie (\%)} = T/C \times 100$$

où C est le nombre total d'individus dans la zone non traitée cinq jours après le traitement, et T est le nombre total d'individus dans la zone traitée cinq jours après le traitement.

Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur le Tableau 7. Les composés utilisés comme témoins dans l'essai sont représentés par les mêmes symboles que ci-dessus.

Tableau 7

Composé d'essai	Quantité de matière active (ppm)	Taux de survie (%)
Composé A + X	25 + 100	24,7
Composé A + Y	25 + 100	27,1
Composé A + 3a	25 + 100	1,5
Composé A + 4a	25 + 100	8,3
Composé A + 5a	25 + 25	1,6
	25 + 100	0,3
Zone non traitée	-	100

Exemple d'Essai Biologique 8 : Essai sur une plante en pot, portant sur Tetranychus kanzawai

On inocule un morceau de feuille sur lequel Tetranychus kanzawai est parasite sur Phaseolus vulgaris, au stade feuille primaire, et on le plante dans un pot. Trois jours après l'inoculation, le morceau de feuille est retiré de Phaseolus vulgaris, sur lequel on pulvé-

rise en deux fois une quantité donnée des solutions d'essai ayant des concentrations données et préparées selon l'Exemple de Formulation 2 (Emulsion). Pendant la période d'essai, le pot est maintenu à la température ambiante, et on compte certains jours prédéterminés, pour déterminer le taux de prévention, le nombre d'adultes femelles.

Le taux de prévention et le taux de prévention théorique sont calculés à partir de l'équation suivante :

10 Taux de prévention (%) = $[1 - \{(T_4 + T_9) \times C_0 / (C_4 + C_9) \times T_0\}] \times 100$

où C_0 , C_4 et C_9 désignent le nombre d'adultes femelles dans la zone non traitée, respectivement avant le traitement et 4 et 9 jours après le traitement, et T_0 , T_4 et T_9 désignent le nombre d'adultes femelles dans la zone traitée, respectivement avant le traitement et 4 et 9 jours après le traitement.

Taux de prévention théorique (%) = $A + \{(100 - A) \times B\} / 100$

20 où A désigne le taux de prévention (%) du Composé A, et B désigne le taux de prévention (%) de chacun des Composés 3a à 5a et de chacun des Composés X et Y.

25 Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur le Tableau 8. Les composés utilisés dans l'essai à titre de témoins sont représentés par les mêmes symboles que ceux qui sont utilisés plus haut.

Tableau 8

	Composé d'essai	Quantité de matière active (ppm)	Taux de prévention (%)	Taux de prévention théorique (%)
5	Composé A+3a	25 + 25	99,2	86,0
	Composé A+4a	25 + 25	99,1	90,7
	Composé A+5a	25 + 25	100	100
10	Composé A+X	25 + 25	81,8	89,9
	Composé A+Y	25 + 25	62,2	61,2
	Composé A	25	39,3	-
15	Composé 3a	25	77,0	-
	Composé 4a	25	84,6	-
	Composé 5a	25	100	-
	Composé X	25	83,4	-
	Composé Y	25	36,1	-

Exemple d'Essai Biologique 9 : Essai sur plante en pots portant sur *Tetranychus kanzawai*

L'essai est mis en oeuvre de la même manière que dans l'Exemple d'Essai 8, en utilisant *Tetranychus kanzawai*. On détermine à partir des équations suivantes le taux de prévention et le taux de prévention théorique.

$$\text{Taux de prévention (\%)} = [1 - \{(T_4 + T_8 + T_{14} + T_{18} + T_{22}) \times C_0 / (C_4 + C_8 + C_{14} + C_{18} + C_{22}) \times T_0\}] \times 100$$

où C₀, C₄, C₈, C₁₄, C₁₈ et C₂₂ désignent le nombre d'adultes femelles dans la zone non traitée, respectivement avant le traitement et 4, 8, 14, 18 et 22 jours après le traitement, et T₀, T₄, T₈, T₁₄, T₁₈ et T₂₂ désignent le nombre d'adultes femelles dans la zone traitée, respectivement avant le traitement et 4, 8, 14, 18 et 22 jours après le traitement.

$$\text{Taux de prévention théorique (\%)} = A + \{(100 - A) \times B\} / 100$$

où A désigne le taux de prévention (%) du Composé A, et B désigne le taux de prévention (%) de chacun des Composés 3a à 5a et de chacun des Composés X et Y.

Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur le Tableau 9. Les composés utilisés dans l'essai à titre de

témoins sont représentés par les mêmes symboles que ceux qui sont utilisés plus haut.

Tableau 9

5	Composé d'essai	Quantité de matière active (ppm)	Taux de prévention (%)	Taux de prévention théorique (%)
	Composé A+3a	3,13/ 3,13 12,5 /12,5	96,9 99,3	89,1 92,1
10	Composé A	3,13 12,5	84,3 84,9	- -
	Composé 3a	3,1 12,5	30,4 47,6	- -

Bien entendu, l'invention n'est pas limitée aux exemples de réalisation ci-dessus décrits et représentés, à partir desquels on pourra prévoir d'autres modes et d'autres formes de réalisation, sans pour autant sortir du cadre de l'invention.

Revendications

1. Composition insecticide et acaricide, caractérisée en ce qu'elle contient en tant que matières actives de la 2-(2,6-difluorophényl)-4-(2-éthoxy-4-tert-butylphényl)-2-oxazoline, et au moins un composé pyréthroïde
5 choisi parmi l'ensemble comprenant :

(1) l'oxyde de 2-méthyl-2-(4-bromodifluorométhoxyphényl)-propyle et de 3-phénoxybenzyle,

(2) le 2,2-diméthyl-3-[3-oxo-3-(2,2,2-trifluoro-1-(trifluorométhyl)éthoxy)-1-propényl]-cyclopropanecarboxylate de cyano(3-phénoxyphényl)méthyle,
10

(3) le 2,2,3,3-tétraméthyl-cyclopropanecarboxylate d' α -cyano-3-phénoxybenzyle,

(4) le sel d' α -cyano-3-phénoxybenzyle de la N-(2-chloro- α,α,α -trifluoro-p-tolyl)valine, et
15

(5) du 3-(2-chloro-3,3,3-trifluoro-prop-1-ényl)-2,2-diméthylcyclopropanecarboxylate de 2-méthylbiphényl-3-ylméthyle.

2. Composition insecticide et acaricide selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'on mélange à 0,01
20 à 30 parties en poids du composé pyréthroïde 1 partie de 2-(2,6-difluorophényl)-4-(2-éthoxy-4-tert-butylphényl)-2-oxazoline.

3. Procédé pour maîtriser des insectes et des acar
25 riens, caractérisé en ce qu'il consiste à appliquer sur le locus où se propagent des insectes et/ou acar
nuisibles une quantité à effet insecticide et/ou acaricide de la composition selon la revendication 1.

4. Procédé pour maîtriser les insectes et les acar
30 riens selon la revendication 3, caractérisé en ce que la composition selon la revendication 1 est appliquée en une quantité de 0,1 à 1000 g de matière active totale par 10 a.

5. Procédé pour produire la composition selon la
35 revendication 1, caractérisé en ce qu'il consiste à

mélanger le composé pyréthroïde à la 2-(2,6-difluorophényl)-4-(2-éthoxy-4-tert-butylphényl)-2-oxazoline.

6. Utilisation de la composition selon la revendication 1 en tant que matière active pour maîtriser les
5 insectes et acariens nuisibles.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.